第３章　設備管理基準

1　濃度に係る設備管理基準

検査周期は１年以内とする。

＝目次＝

1-1　ｐＨ計
1-2　天秤
1-3　分光光度計
1-4　原子吸光光度計
1-5　電気加熱式原子吸光光度計
1-6　ICP 発光分光光度計
1-7　ICP 質量分析計
1-8　水素化物発生装置
1-9　ガスクロマトグラフ FPD
1-10 ガスクロマトグラフ ECD
1-11 ガスクロマトグラフ FTD
1-12 ガスクロマトグラフ FID
1-13 ガスクロマトグラフ質量分析計
1-14 高速液体クロマとグラフ
1-15 イオンクロマトグラフ（電気伝導度検出器または吸光光度検出器）
1-16 溶存酸素計
1-17 導電率計
1-18 温度計（500℃以上）
1-19 圧力計
1-20 流速計
1-21 時間計
1-22 電動ビューレット
1-23 乾燥機
1-24 ふらん器または恒温水槽
1-25 純水製造装置
1-26 ドラフト
1-27 化学実験第
1-28 排水処理設備または装置
1-29 窒素酸化物・二酸化いおう濃度計　[適用範囲]検定対象外計量器
1-30 酸素濃度計［適用範囲］検定対象外計量器
1-31 検定対象外計量器
1-32 ガスメーター
1-33 吸引装置
参考　大気濃度計検査記録様式

＊　デジタル式装置が主流となりましたので、アナログ式装置関連の管理基準は削除しました。
アナログ式装置の管理基準につきましては、旧版の環境計量マニュアルを参照してください。

＊　ここに挙げました管理基準は、一例です。各社の分析装置に合わせて適宜変更してください。

1- 1 pH計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
検出部 ｶﾞﾗｽ電極（複合）	外観	目視。	破損がないこと	清掃、補充又は交換	
	汚れ	目視。	清浄であること		
	内部液	目視。	適正であること		
検査	再現性	pH7、pH4 の標準液を交互に 3 回測定する。	0.2 pH 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	安定性	pH7 の標準液に浸し、2 時間後の指示値の変化を測定する。	±0.1 pH 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	器差	pH9 の標準液の指示値を測定する。	±0.1 pH 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作

(1) 電極の整備　　電極は清浄であること。汚れている場合は、JIS K 0102 「pH」の方法に従い清浄にする。
(2) 温度調整　　標準液の温度は一定に保つこと。液温の変動は±1℃以内が望ましい。
(3) 機器の準備　　使用 30 分以上前に電源ｽｲｯﾁを「ON」にする。
(4) pH 標準液　　各標準液はなるべく新しいものを使用し、2 度使用はさける

2. 校正

機器を pH7、pH4 の標準液にて校正する。（方法は、取扱説明書による）

3. 再現性

pH7、pH4 の標準液を交互に 3 回測定し、それぞれの最大値と最小値の差を求める。
判定基準は、それぞれ 0.2 pH 以下とする。

4. 安定性

pH7 の標準液に電極を浸し、指示値を読み取る。
2 時間経過後に再度指示値を読み取り、その差を求める。
判定基準は、±0.1 pH 以内とする。

5. 器差

pH9 の標準液に電極を浸し、指示値を読み取り、標準液との差を求める。
（注意：pH ﾒｰﾀｰの校正は、pH7、pH4 の標準液にて行うこと）
判定基準は、±0.1 pH 以内とする。

１－２ 天びん

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
	再現性	ゼロ点と 100g の分銅をそれぞれ５回定し標準偏差を求める	ｾﾞﾛ点 ：0.2 mg 以下 100g ：0.2 mg 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	分銅は常用分銅でよい。
	器差	ひょう量とその 1/2 量に相当する分銅を乗せ、それぞれの器差を測定する。	ひょう量： 読取限度の±20 倍以内 1/2 量 ： 読取限度の±10 倍以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	校正済み分銅を用いる。

検査手順　　（標準型直示天びん（ひょう量 160～200g、読取限度 0.1mg、感量 1mg）を例にとって解説する。）

1. 準備操作
   (1) 室温が 20℃以上の状態で、天びんの試料室の扉を開け、30 分以上放置する。
   (2) 試料室の扉をしめ、休み装置を解放し、ｾﾞﾛ点調整を行う。調整後 1 度休みの状態にもどした後、再度解放し、ｾﾞﾛ点調整を行い、更にもう 1 度行う。（ｾﾞﾛ点調整を 3 回行ったことになる。）

2. 再現性
   (1) 100g の分銅（分銅は常用分銅でよい）を乗せ、読取値を記録する。
   (2) 100g の分銅をおろし、ｾﾞﾛ点の読取値を記録する。（途中でｾﾞﾛ点調整は行わないこと）
   (3) (1)～(2)をあと 4 回繰り返し、それぞれの標準偏差を求める。（標準偏差は、読取限度+1 位まで求める）
   判定基準は、ｾﾞﾛ点の場合　　0.2 mg 以下
   　　100gの場合　　0.2 mg以下
   (4) それぞれが判定基準に合致した場合を合格とする。

3. 器差　　（分銅は校正済み分銅を用いる。）
   (1) ひょう量（最大はかれる量）に相当する分銅を皿に乗せ、器差を求める。
   判定基準は、読取限度の±20 倍以内とする。
   (2) ひょう量の 1/2 量に相当する分銅を皿に乗せ、器差を求める。
   判定基準は、読取限度の±10 倍以内とする。

1- 3 分光光度計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
検査	波長表示	波長標準により最大表示値を示す波長を測定する。（自己診断機能付きは各社で設定）	±1nm 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	波長再現性	波長標準により最大表示値を示す波長を 3 回測定する。（自己診断機能付きは各社で設定）	1nm 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	ｾﾞﾛﾄﾞﾘﾌﾄ	吸光度をｾﾞﾛに合わせ 1 時間後の値を測定する。	±0.002 Abs 以内		

検査手順（光電光度計はこの基準に準じた検査方法とする）

1. 準備操作

光源を点灯し、30 分放置する。

2. 波長表示

(1) ｻﾝﾌﾟﾙ光路に、波長標準の酸化ﾎﾙﾐｳﾑｶﾞﾗｽをｾｯﾄする。（対照光路にはなにも入れない）

(2) 波長を 575nm（536.4nm 測定の時）又は 400nm（360.8nm 測定の時）に合わせる。

(3) 吸光度をｾﾞﾛ（又は透過率 100%）に合わせる。

(4) 波長をｽｷｬﾝさせ 575～500nm および 400～300nm 間の吸光度（又は透過率）の最大吸収波長を読み取り、536.4nm と 360.8nm との差を求める。

判定基準は、それぞれ±1nm 以内とする。

3. 波長再現性

(1) 「2. 波長表示」を繰り返し、536.4nm および 360.8nm についての最大吸収波長をそれぞれ 3 回求める。

(2) 測定した 3 回の最大吸収波長の最大と最小の差をそれぞれ求める。

判定基準は、それぞれ 1nm 以下とする。

なお酸化ﾎﾙﾐｳﾑｶﾞﾗｽを保有していない場合、下記物質を波長標準としてもよいが、酸化ﾎﾙﾐｳﾑｶﾞﾗｽの使用が望ましい。

①重水素放電管の輝線（656.1nm）

②過ﾏﾝｶﾞﾝ酸ｶﾘｳﾑ水溶液（525nm）

③その他安全な物質の固有波長

4. ｾﾞﾛﾄﾞﾘﾌﾄ

(1) 波長を 540nm に合わせ、吸光度をｾﾞﾛ（又は透過率 100%）に合わせる。

(2) 1 時間放置後の指示値のずれを読む。

判定基準は、±0.002Abs 以内とする。

1- 4 原子吸光光度計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
検査	波長表示	銅ﾎﾛｰｶｿｰﾄﾞﾗﾝﾌﾟにより最大出力電流を示す波長を測定する。	±1nm 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	装置検出下限(ILOD)	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、装置定量下限(ILOD)を求める	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	方法定量下限(MLOQ)	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、方法定量下限(MLOQ)を求める	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	短時間安定性	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、短時間安定性を求める	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	長時間安定性	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、長時間安定性を求める	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	長時間使用しない場合は省略可
ﾗﾝﾌﾟ		一定条件により検量線を作成する。		交換	ﾗﾝﾌﾟ使用の際には購入時のﾃﾞｰﾀと比較する

検査手順

1. 準備操作
   (1) 空試験液（1%硝酸溶液）、銅標準液（1 mg/L 溶液）を調製する。
   (2) 機器を測定条件に合わせる。（光軸、ﾊﾞｰﾅｰ高さ、スリット幅等）
   (3) 銅ﾎﾛｰｶｿｰﾄﾞﾗﾝﾌﾟを点灯し 30 分間放置する。

2. 波長表示
   波長をｽｷｬﾝさせ 324.8nm 付近の最大電流出力を示す波長を読み取り、銅 324.8nm との差を求める。
   判定基準は、±1nm 以内とする。

3. 装置検出下限値（ILOD）
   (1) 空試験液を 10 回連続測定し、平均値（X_b）と標準偏差（S_b）を算出する。
   (2) 銅標準液を 5 回連続測定し、平均値（X_1）を算出する。
   (3) 次式により、装置検出下限値を求める。
   $$ILOD = 3 \times S_b \times 1 / (X_1 - X_b)$$
   判定基準は、検量線の定量下限値以下であること。

4. 方法定量下限値（MLOQ）
   (1) 空試験液を 10 回連続測定し、平均値（X_{1b}）と標準偏差（S_d）を算出する。
   (2) 銅標準液を 5 回連続測定し、平均値（X_{11}）を算出する
   (3) 次式により、方法検出下限値を求める。
   $$MLOQ = \sqrt{2} \times 10 \times S_d \times 1 / (X_{11} - X_{1b})$$
   判定基準は、検量線の定量下限値以下であること。

5. 短時間安定性

(1) 銅標準液を 10 回測定し、平均値（X_i）、標準偏差（S_i）を算出する。

(2) 次式により相対標準偏差を求める。

$$\text{相対標準偏差}\ (\%) = (S_i / X_i) \times 100$$

判定基準は、相対標準偏差が 5%以下であること。

6. 長時間安定性

(1) 銅標準液を 30 分間隔で 3 回の繰り返し測定を計 7 回行う。

(2) 各繰り返し測定の平均値 7 回分より、標準偏差を求め、相対標準偏差を算出する。

判定基準は、相対標準偏差が 5%以下であること。

7. ﾗﾝﾌﾟ

新規にﾗﾝﾌﾟを購入した場合は、初めて使用する時の検量線を保存する。

測定時の検量線と比較し、劣化の状態を確認する。

参考

JIS K 0121 原子吸光分析通則

1- 5 電気加熱式原子吸光光度計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
検査	波長表示	銅ﾎﾛｰｶｿｰﾄﾞﾗﾝﾌﾟにより最大出力電流を示す波長を測定する。	±1nm 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	装置検出下限（ILOD）	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、装置定量下限(ILOD)を求める	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	方法定量下限(MLOQ)	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、方法定量下限(MLOQ)を求める	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	短時間安定性	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、短時間安定性を求める	相対標準偏差が 5%以下であること	交換調整又はﾒｰｶｰ修理	
	長時間安定性	JIS K 0121 原子吸光分析通則付属書により、長時間安定性を求める	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	長時間使用しない場合は省略可
ﾗﾝﾌﾟ		一定条件により検量線を作成する。		交換	ﾗﾝﾌﾟ使用の際には購入時のﾃﾞｰﾀと比較する

検査手順

1. 準備操作
   (1) 空試験液（1%硝酸溶液）、銅標準液（0.02 mg/L 溶液）を調製する。
   (2) 機器を測定条件に合わせる。（光軸、加熱温度等）
   (3) 銅ﾎﾛｰｶｿｰﾄﾞﾗﾝﾌﾟを点灯し 30 分間放置する。

2. 波長表示
   波長をｽｷｬﾝさせ 324.8nm 付近の最大電流出力を示す波長を読み取り、銅 324.8nm との差を求める。
   判定基準は、±1nm 以内とする。

3. 装置検出下限値（ILOD）
   (1) 空試験液を 10 回連続測定し、平均値（X_b）と標準偏差（S_b）を算出する。
   (2) 銅標準液を 5 回連続測定し、平均値（X_1）を算出する。
   (3) 次式により、装置検出下限値を求める。

$$ILOD = 3 \times S_b \times 1 / (X_1 - X_b)$$

   判定基準は、検量線の定量下限値以下であること。

4. 方法定量下限値（MLOQ）
   (1) 空試験液を 10 回連続測定し、平均値（X_{lb}）と標準偏差（S_d）を算出する。
   (2) 銅標準液を 5 回連続測定し、平均値（X_{11}）を算出する
   (3) 次式により、方法検出下限値を求める。

$$MLOQ = \sqrt{2} \times 10 \times S_d \times 1 / (X_{1l} - X_{1b})$$

判定基準は、検量線の定量下限値以下であること。

5. 短時間安定性

(1)銅標準液を 10 回測定し、平均値（X_i）、標準偏差（S_i）を算出する。

(2)次式により相対標準偏差を求める。

$$相対標準偏差\ (\%) = (S_i / X_i) \times 100$$

判定基準は、相対標準偏差が 5%以下であること。

6. 長時間安定性

(1)銅標準液を 30 分間隔で 3 回の繰り返し測定を計 7 回行う。

(2)各繰り返し測定の平均値 7 回分より、標準偏差を求め、相対標準偏差を算出する。

判定基準は、相対標準偏差が 5%以下であること。

7. ﾗﾝﾌﾟ

新規にﾗﾝﾌﾟを購入した場合は、初めて使用する時の検量線を保存する。

測定時の検量線と比較し、劣化の状態を確認する。

1- 6 ICP発光分光分析計

対象	項目	実施方法	判定基準	不良の処置	備考
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
ﾌﾟﾗｽﾞﾏﾄｰﾁ部	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	波長表示	マンガン標準液により分析線波長を調べる。	257.610±0.1 nm 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	バックグラウンド等価濃度(BEC)	JIS K 0116 ICP 発光分光分析通則付属書によりバックグラウンド等価濃度を求める。		調整又はﾒｰｶｰ修理	
	装置検出下限(ILOD)	JIS K 0116 ICP 発光分光分析通則付属書により、装置定量下限(ILOD)を求める。	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	方法定量下限(MLOQ)	JIS K 0116 発光分光分析通則付属書により、方法定量下限(MLOQ)を求める。	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	短時間安定性	JIS K 0116 発光分光分析通則付属書により、短時間安定性を求める。	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	長時間安定性	JIS K 0116 発光分光分析通則付属書により、長時間安定性を求める。	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	長時間使用しない場合は省略可

検査手順

1. 準備操作
   (1) 空試験液（1％硝酸）、マンガン標準液（1 mg/L 溶液）を調製する。
   (2) 装置を測定条件に合わせる。
   (1) ﾌﾟﾗｽﾞﾏを点灯し、30 分間放置する。

2．波長表示
   マンガン標準液を装置に導入し、マンガンの分析線波長を調べる。
   判定基準は、257.610±0.1 nm 以内とする

3. バックグラウンド等価濃度（BEC）
   (1)空試験液を 10 回連続測定し、測定強度の平均値（X_b）を求める。
   (2)マンガン標準液を 10 回連続測定し、測定強度の平均値（X_1）を求める。
   (3)次式により、BEC を求める。
   $BEC = X_b \times 1 / (X_1 - X_b)$

4.装置検出下限値（ILOD）

(1)空試験液を10回連続測定し、平均値（X_b）と標準偏差（S_b）を算出する。

(2)銅標準液を5回連続測定し、平均値（X_1）を算出する。

(3)次式により、装置検出下限値を求める。

$$ILOD = 3 \times S_b \times 1 / (X_1 - X_b)$$

判定基準は、検量線の定量下限値以下であること。

5. 方法定量下限値（MLOQ）

(1) 空試験液を10回連続測定し、平均値（X_{1b}）と標準偏差（S_d）を算出する。

(2) 銅標準液を5回連続測定し、平均値（X_{11}）を算出する

(3) 次式により、方法検出下限値を求める。

$$MLOQ = \sqrt{2} \times 10 \times S_d \times 1 / (X_{11} - X_{1b})$$

判定基準は、検量線の定量下限値以下であること。

6. 短時間安定性

(1)マンガン標準液を10回測定し、平均値（X_i）、標準偏差（S_i）を算出する。

(2)次式により相対標準偏差を求める。

$$相対標準偏差（\%） = (S_i / X_i) \times 100$$

判定基準は、相対標準偏差が5%以下であること。

7. 長時間安定性

(1)マンガン標準液を30分間隔で3回の繰り返し測定を計7回行う。

(2)各繰り返し測定の平均値7回分より、標準偏差を求め、相対標準偏差を算出する。

判定基準は、相対標準偏差が5%以下であること。

参考

JIS K 0116　ICP発光分光分析通則

1- 7 ICP質量分析装置

対象	項目	実施方法	判定基準	不良の処置	備考
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
試料導入部、イオン化部及びインターフェイス部	外観	目視により試料導入部、イオン化部及びインターフェイス部に汚れ劣化がないか確認する。	異常がないこと	洗浄、交換又は修理	
検査	装置の最適化	カドミウム標準液により質量数の調整を行う。	±0.1 amu 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
		JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則により分解能の調整を行う。	5%高さ⊿m = 0.65～0.8amu		
	定量下限 (LOQ)	JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則により、定量下限(LOQ)を求める。	検量線の最低濃度以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	短時間安定性	JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則により、短時間安定性を求める。	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	長時間安定性	JIS K 0116 発光分光分析通則付属書により、長時間安定性を求める。	相対標準偏差が 5%以下であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	長時間使用しない場合は省略可

検査手順

1. 準備操作

(1) 空試験液（1％硝酸）、カドミウム標準液（0.01 mg/L 溶液）を調製する。

(2) 装置を測定条件に合わせる。

(3)ﾌﾟﾗｽﾞﾏを点灯し、30 分間放置する。

2．装置の最適化

(1)カドミウム標準液を装置に導入し、カドミウムの質量数を調べる。

判定基準は、112.41±0.1 amu 以内とする。

(2) カドミウム標準液を装置に導入し、分解能の調整を行う。

判定基準は、5%高さ⊿m = 0.65～0.8amu 以内とする。

3. 定量下限（LOQ）

(1)空試験液を 10 回連続測定し、平均値（X_b）と標準偏差（S_b）を算出する。

(2)カドミウム標準液を 5 回連続測定し、平均値（X_1）を算出する。

(3)次式により、装置検出下限値を求める。

$$LOQ = 3 \times S_b \times 1 / (X_1 - X_b)$$

判定基準は、検量線の最低濃度以下であること。

4. 短時間安定性

(1)カドミウム標準液を10回測定し、平均値（X_i）、標準偏差（S_i）を算出する。

(2)次式により相対標準偏差を求める。

相対標準偏差（%） = （S_i / X_i）x 100

判定基準は、相対標準偏差が5%以下であること。

5. 長時間安定性

(1)ｶﾄﾞﾐｳﾑ標準液を30分間隔で3回の繰り返し測定を計7回行う。

(2)各繰り返し測定の平均値7回分より、標準偏差を求め、相対標準偏差を算出する。

判定基準は、相対標準偏差が5%以下であること。

参考

JIS K 0133　高周波プラズマ質量分析

1- 8 水素化物発生装置（原子吸光関係）

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
配管	外観	目視によりきず、劣化がないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりもれを確認する。	もれのないこと		

その他の検査については、原子吸光等に準じて行う。なお、標準液は、適当な濃度のひ素標準液を用いる。

1- 9 ガスクロマトグラフFPD

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
本体ｶﾞｽ 流量調節部	流量圧力	正常に設定できることを確認する。	圧力、流量の変動がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
温度調節部	温度	正常に設定できることを確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性	30 分間記録紙に使用条件で作動させ、ﾄﾞﾘﾌﾄ・ﾉｲｽﾞを測定する。	ﾄﾞﾘﾌﾄ：4%以内 ﾉｲｽﾞ ：2%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	感度	次のいずれかの物質で検査する。 ①りん化合物標準液（EPN） ②硫黄化合物標準液（二硫化ﾒﾁﾙ）	SN 比：3 以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作
   (1) 分析に使用するｶﾗﾑを取付ける。
   (2) ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ流量、ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ・注入口・検出器の温度、感度等を使用条件に設定する。
   (3) ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ使用条件及び充てん剤を一例としてかかげる。
   ①りん化合物

充てん剤	OV-17　2～5%（ｸﾛﾓｿﾙﾌﾞ W･AW･DMCS）60～80 ﾒｯｼｭ又は 80～100 ﾒｯｼｭ		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	140～210℃
		注入口	150～210℃
		検出器	150～250℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ(N_2)	40～80 mL/min	
	ｶﾗﾑ	ｶﾞﾗｽ製　内径　3 mm 長さ　1.5～2m	

*EPN の保持時間は 15 分以上とする。

② 硫黄化合物　悪臭物質分析（濃縮導入装置使用）

充てん剤	β,β'-ODPN 25%　80～100 ﾒｯｼｭ		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	70℃
		注入口	130℃
		検出器	130℃～150℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ (N_2)	30～50 mL/min	
	ｶﾗﾑ	ｶﾞﾗｽ製　内径　3 mm 長さ　3m	

*二硫化ﾒﾁﾙの保持時間は 8 分以上とする。

(4) 標準液を準備する。
①りん化合物標準液
EPN を 1 mg/L 含有するｱｾﾄﾝ溶液
②硫黄化合物標準液
二硫化ﾒﾁﾙを 1 mg/L 含有するﾍﾞﾝｾﾞﾝ溶液

2. ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性

(1) りん化合物標準液2μL又は、硫黄化合物標準液3μL注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを確認する。
この時感度は、ﾋﾟｰｸ高さが記録範囲の5%以上となるよう調整する。

(2) ｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾑ信号を30分間記録し、ﾉｲｽﾞとﾄﾞﾘﾌﾄを測定する。

(3) ﾉｲｽﾞ及びﾄﾞﾘﾌﾄを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）
ﾉｲｽﾞは記録紙上の最大幅をもってあらわす。ﾄﾞﾘﾌﾄは最大値と最小値の差であらわす。ﾉｲｽﾞがある場合はﾉｲｽﾞの中央で求める。

判定基準は、記録範囲に対し、

ﾄﾞﾘﾌﾄ　4%以内。

ﾉｲｽﾞ　2%以内とする。

3. 感度

「2.(1)」と同じ標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）

判定基準は、ﾉｲｽﾞに対して3倍以上とする。

備考　硫黄化合物の注入方法

① 液体酸素で冷却した試料濃縮管に、標準液を真空ﾎﾟﾝﾌﾟを用いて吸引しながら注入する。

② 試料濃縮管を液体酸素で冷却した状態でｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌに接続する。

③ 試料濃縮管にｷｬﾘﾔｰｶﾞｽを流し、その流量が安定し、かつ応答のないことを確認した後、試料濃縮管の温度を-183℃から100℃まで約2分間で昇温させｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌに注入する。

1-10 ガスクロマトグラフECD

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
本体ｶﾞｽ流量調節部	流量圧力	正常に設定できることを確認する。	圧力、流量の変動がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
温度調節部	温度	正常に設定できることを確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性	30 分間記録紙に使用条件で作動させ、ﾄﾞﾘﾌﾄ・ﾉｲｽﾞを測定する。	ﾄﾞﾘﾌﾄ：4%以内 ﾉｲｽﾞ　：2%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	感度	次のいずれかの物質で検査する。 ①ｱﾙｷﾙ水銀標準液 （塩化ﾒﾁﾙ水銀、塩化ｴﾁﾙ水銀） ②PCB（KC-300）標準液 ③PCB 混合標準液 （KC-300、KC-400、KC-500、KC-600 混合） ④有機塩素系溶媒 （ﾃﾄﾗｸﾛﾛｴﾁﾚﾝ）	SN 比：3 以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作

(1) 性能テスト

① 検査実施前に、機器取扱説明書により、検出器の性能調査を行う。
② 異常が見つけられた場合は、原因を調査し、修理等必要な処置を講ずる。（本体を含む）
③ 検出器の性能が低下した場合（線源の汚染を含む）は、ﾒｰｶｰに依頼し、検出器の洗浄又は交換を行う。

(2) 分析に使用するｶﾗﾑを取付ける。

(3) ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ流量、ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ・注入口・検出器の温度、感度等を使用条件に設定する。

(4) ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ使用条件及び充てん剤を一例としてかかげる。

①ｱﾙｷﾙ水銀

充てん剤	DEGS　10～20%(ｸﾛﾓｿﾙﾌﾞ W･AW･DMCS)60～80 ﾒｯｼｭ又は 80～100 ﾒｯｼｭ		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	130～170℃
		注入口	170～210℃
		検出器	120～200℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ（N_2）	40～60 mL/min	
	ｶﾗﾑ	ｶﾞﾗｽ製　内径　3 mm 長さ　1m	

*塩化ﾒﾁﾙ水銀の保持時間は 3 分以上とする。

②PCB

充てん剤	OV-17　1～2%（ｶﾞｽｸﾛﾑ Q、ｸﾛﾓｿﾙﾌﾞ W･AW･DMCS）60～80 ﾒｯｼｭ又は 80～100 ﾒｯｼｭ		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	170～210℃
		注入口	220～250℃
		検出器	210～250℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ（N_2）	60～100 mL/min	
	ｶﾗﾑ	ｶﾞﾗｽ製　内径　2～3 mm 長さ　1～2m	

*KC-300 の保持時間はﾋﾟｰｸ No. 11 が 6 分以上とする。
*混合標準の保持時間はﾋﾟｰｸ No. 24 が 20 分以上とする。

③有機塩素系溶媒

充てん剤	DC-200		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	150～250℃
		注入口	150～250℃
		検出器	150～250℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ (N_2)	40～80 mL/min	
	ｶﾗﾑ	ｶﾞﾗｽ製　内径　3 mm 長さ　3m	

*ﾃﾄﾗｸﾛﾛｴﾁﾚﾝ保持時間は8分以上とする。

(5) 標準液を準備する。
① ｱﾙｷﾙ水銀標準液　塩化ﾒﾁﾙ水銀、塩化ｴﾁﾙ水銀をそれぞれ0.1mg/L含有するﾍﾞﾝｾﾞﾝ溶液
② PCB標準液　KC-300を0.5mg/L含有するﾍｷｻﾝ溶液
③ PCB混合標準液　KC-300、KC-400、KC-500、KC-600をそれぞれ0.25mg/L含有するﾍｷｻﾝ溶液
④ 有機塩素系溶媒　ﾃﾄﾗｸﾛﾛｴﾁﾚﾝを含有する溶液

2. ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性
(1) 感度調整が終ったら下記のいずれかの標準液を注入しﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを確認する。
① ｱﾙｷﾙ水銀混合標準1μL
② PCB標準液1μL（確認ﾋﾟｰｸは、No.4、5、8、11）
③ PCB混合標準液1μL（確認ﾋﾟｰｸは、No.4、11、16、19、24）
④ 有機塩素系溶媒0.01ng相当

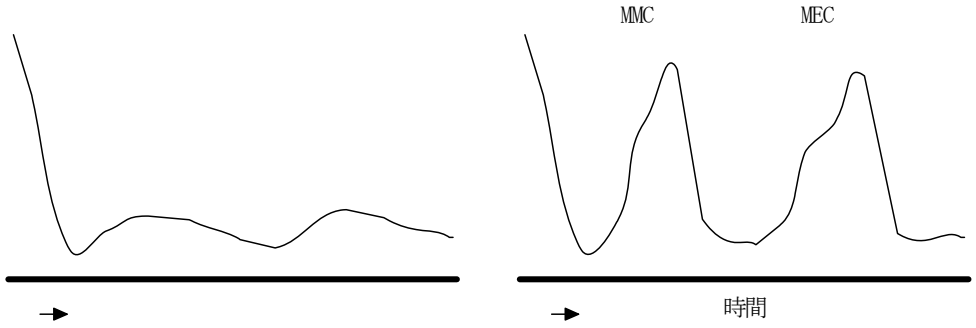
(2) 感度をﾋﾟｰｸ高さが記録範囲の5%以上となるよう調整する。

(3) ｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾑの信号を30分間記録し、ﾉｲｽﾞとﾄﾞﾘﾌﾄを測定する。

(4) ﾉｲｽﾞ及びﾄﾞﾘﾌﾄを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）
ﾉｲｽﾞは、記録紙上の最大幅をもってあらわす。ﾄﾞﾘﾌﾄは、最大値と最小値の差であらわす。ﾉｲｽﾞがある場合は、ﾉｲｽﾞの中央で求める。
判定基準は、記録範囲に対し、ﾄﾞﾘﾌﾄ　4%以内。
ﾉｲｽﾞ　2%以内とする。

3. 感度
(1) 「2.」と同じ標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）
判定基準は、ﾉｲｽﾞに対して3倍以上とする。

4. 注意事項
(1) ﾒｰｶｰによる感度ﾁｪｯｸは、γ-BHCやｱﾙﾄﾞﾘﾝ等の非常に感度がよい物質で行なわれているのが現状であり、環境分析で取扱う物質の感度とは、必ずしも一致しない。
例えば、γ-BHCの感度は良好でも、PCBについては感度が低い場合がある。
(2) 特に多く取扱う物質がある場合には、それらについて独自の管理基準を設定しておくのが望ましい。
(3) 常時使用しているﾏｲｸﾛｼﾘﾝｼﾞは、汚れている場合もあるので注意する。
(4) ｱﾙｷﾙ水銀の場合、ﾋﾟｰｸの形状が良好（ﾃｰﾘﾝｸﾞ等のないもの）で、同時に抽出される不純物ﾋﾟｰｸと完全に分離する充てん剤を用いる。（下図のようなものは避ける）



(5) PCB混合標準の場合、機種・ｶﾗﾑの条件等によりﾋﾟｰｸNo2～9の辺り、又はﾋﾟｰｸNo21～26の辺りが非常に小さくなるものがあるので注意が必要である。

1-11 ガスクロマトグラフFID

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
本体ｶﾞｽ 流量調節部	流量圧力	正常に設定できることを確認する。	圧力、流量の変動がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
温度調節部	温度	正常に設定できることを確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性	30 分間記録紙に使用条件で作動させ、ﾄﾞﾘﾌﾄ・ﾉｲｽﾞを測定する。	ﾄﾞﾘﾌﾄ：2%以内 ﾉｲｽﾞ　：1%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	感度	次の物質で検査する。 ｵﾙﾄｷｼﾚﾝ標準液	SN 比：3 以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作

(1) 分析に使用するｶﾗﾑを取付ける。

(2) ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ流量、ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ・注入口・検出器の温度、感度等を使用条件に設定する。

(3) ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ使用条件及び充てん剤を一例としてかかげる。

①ｵﾙﾄｷｼﾚﾝ

充てん剤	PEG-20M　10～20%(ｸﾛﾓｿﾙﾌﾞ W･AW･DMCS) 60～80 ﾒｯｼｭ又は 80～100 ﾒｯｼｭ		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	70～ 90℃
		注入口	120～150℃
		検出器	120～150℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ (N_2)	40～ 60 mL/min	
	水素	45～ 55 mL/min	
	空気	400～500 mL/min	
	ｶﾗﾑ	ｽﾃﾝﾚｽ又はｶﾞﾗｽ製　内径　3 mm 長さ　2～3m	

*ｵﾙﾄｷｼﾚﾝの保持時間は 5 分以上とする。

(4) 標準液を準備する。

ｵﾙﾄｷｼﾚﾝ標準液

ｵﾙﾄｷｼﾚﾝを 10mg/L 含有する溶液

2. ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性

(1) ｵﾙﾄｷｼﾚﾝ標準液2μLを注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを確認する。
この時感度は、ﾋﾟｰｸ高さが記録範囲の5%以上となるよう調整する。

(2) ｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾑの信号を30分間記録し、ﾉｲｽﾞとﾄﾞﾘﾌﾄを測定する。

(3) ﾉｲｽﾞ及びﾄﾞﾘﾌﾄを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）
ﾉｲｽﾞは記録紙上の最大幅をもってあらわす。ﾄﾞﾘﾌﾄは最大値と最小値の差であらわす、ﾉｲｽﾞがある場合はﾉｲｽﾞの中央で求める。
判定基準は、記録範囲に対し、ﾄﾞﾘﾌﾄ2%以内。
ﾉｲｽﾞ　1%以内とする。

3. 感度

(1) 「2.」と同じ標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）
判定基準は、ﾉｲｽﾞに対して3倍以上とする。

1-12 ガスクロマトグラフFTD

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
本体ｶﾞｽ 流量調節部	流量圧力	正常に設定できることを確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
温度調節部	温度	正常に設定できることを確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性	30 分間記録紙に使用条件で作動させ、ﾄﾞﾘﾌﾄ・ﾉｲｽﾞを測定する。	ﾄﾞﾘﾌﾄ：2%以内 ﾉｲｽﾞ　：1%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	感度	次のいずれかの物質で検査する。 ① ｼﾏｼﾞﾝ標準液 ② 有機りん標準液（EPN）	SN 比：3 以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作

(1) 分析に使用するｶﾗﾑを取付ける。

(2) ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ流量、ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ・注入口・検出器の温度、感度等を使用条件に設定する。

(3) ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ使用条件及び充てん剤を一例としてかかげる。

充てん剤	ｼﾞﾒﾁﾙﾎﾟﾘｼﾛｷｻﾝ（DB-1）を被覆したｷｬﾋﾟﾗﾘｰｶﾗﾑ。又は、これと同等の性能を有するもの。		
条件	温度	ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ	50～60℃→約 260℃昇温分析
		注入口	250～300℃
		検出器	250～300℃

*ｼﾏｼﾞﾝの保持時間は 3 分以上とする。

(4) 標準液を準備する。

① ｼﾏｼﾞﾝ標準液

ｼﾏｼﾞﾝを 0.1mg/L 含有する溶液

② 有機りん標準液

EPN を 1mg/L 含有する溶液

2. ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性

(1) ① ｼﾏｼﾞﾝ標準液 2μL 又は、②有機りん標準液 2μL 注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを確認する。この時感度は、ﾋﾟｰｸ高さが記録範囲の 5%以上となるよう調整する。

(2) ｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾑの信号を 30 分間記録し、ﾉｲｽﾞとﾄﾞﾘﾌﾄを測定する。

(3) ﾉｲｽﾞ及びﾄﾞﾘﾌﾄを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）

(4) ﾉｲｽﾞは記録紙上の最大幅をもってあらわす。ﾄﾞﾘﾌﾄは最大値と最小値の差であらわす、ﾉｲｽﾞがある場合はﾉｲｽﾞの中央で求める。

判定基準は、記録範囲に対し、ﾄﾞﾘﾌﾄ 2%以内

ﾉｲｽﾞ　1%以内とする。

3. 感度

(1) 「2.」と同じ標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを求める。（参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照）

判定基準は、ﾉｲｽﾞに対して 3 倍以上とする。

1-13 ガスクロマトグラフ質量分析計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
外部配管類 ｶﾞｽ配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
減圧器	動作	目視により正常に作動することを確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	石けん水等によりｶﾞｽもれを確認する。	もれのないこと		
真空ﾎﾟﾝﾌﾟ	異音	異常音の有無を確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	オイル	目視によりｵｲﾙﾁｪｯｸ量、色の異常のないことを確認する。			
ﾀｰﾎﾞﾎﾟﾝﾌﾟ	異音	異常音の有無を確認する。	異常がないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
本体ｶﾞｽ 流量調節部	流量圧力	正常に設定できることを確認する。	正常に作動すること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
本体 温度調節部	温度	正常に設定できることを確認する。	正常に作動すること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
ｶﾗﾑ接続部	外観等	機種に応じた検査を行う。	もれのないこと	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾌﾞﾗﾝｸﾁｪｯｸ	ﾌﾞﾗﾝｸを測定し、被検査物質の定量下限値未満であることを確認する。	定量下限値未満であること 異常ﾋﾟｰｸのでないこと	分析環境の改善、分析装置の汚染の除去、ﾌﾞﾗﾝｸ水・使用試薬の変更又はﾒｰｶｰに処置依頼	使用条件は感度検査と同じ
	感度	次のいずれかの物質で検査する。 ① 農薬標準液（ｼﾏｼﾞﾝ） ② VOC 混合標準液	SN 比：3 以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	①は溶媒抽出時 ②は HS、PT 使用時の検査項目

検査手順

1. 準備操作
   (1) 分析に使用するｷｬﾋﾟﾗﾘｰｶﾗﾑを取付ける。
   (2) 一連の真空排気手順を実行し、MS のｲｵﾝ源を加熱する。
   (3) ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ流量、ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝ・注入口・検出器の温度を使用条件に設定する。
   (4) ｶﾞｽｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾌ質量分析計の使用条件及びｶﾗﾑの一例としてかかげる。
   なお、①はGC-MS 単独時の検査、②はPT、HS 接続時の検査である。

①農薬

ｶﾗﾑ	ｷｬﾋﾟﾗﾘｰｶﾗﾑ（一例）： DB-5 内径 0.2～0.7 ㎜、長さ 10～30m、膜厚 0.1～1.0μm	
条件	ｶﾗﾑ温度	50～60℃（2min）→2～20℃/min→260℃ 40～50℃（2min）→2～20℃/min→280℃
	注入口温度	230～260℃
	ｲﾝﾀｰﾌｪｰｽ温度	230～270℃
	注入法	ｽﾌﾟﾘｯﾄﾚｽ（ﾊﾟｰｼﾞｵﾌ：1.5min）
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ	He（20～40cm/sec）
	ｲｵﾝ源温度	230～270℃
	ｲｵﾝ化方式	EI

ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ：（一例）

物質名	分子量	定量用質量数	確認用質量
ｼﾏｼﾞﾝ	201	201	186、173
ﾁｵﾍﾞﾝｶﾙﾌﾞ	257	100	72、125

②VOC

ｶﾗﾑ	ｷｬﾋﾟﾗﾘｰｶﾗﾑ（一例）： DB-624 内径0.20～0.32㎜、長さ25～60m、膜厚0.1～3.0μm 内径0.50～0.75㎜、長さ50～120m、膜厚0.1～3.0μm	
条件	ｶﾗﾑ温度	40℃（2min）→2～10℃/min→180℃
	注入口温度	100～200℃
	ｲﾝﾀｰﾌｪｰｽ温度	150～250℃
	ｷｬﾘﾔｰｶﾞｽ	He（20～40cm/sec）
	ｲｵﾝ源温度	150℃
	ｲｵﾝ化方式	EI

ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ：（一例）

物質名	分子量	定量用質量数	確認用質量
四塩化炭素	152	117	119
ｼﾞｸﾛﾛﾒﾀﾝ	84	84	86
ﾃﾄﾗｸﾛﾛｴﾁﾚﾝ	164	166	164

*ﾊﾟｰｼﾞ・ﾄﾗｯﾌﾟ装置（PT）又はﾍｯﾄﾞｽﾍﾟｰｽ装置（HS）は接続されているものとする。

2. ｼｽﾃﾑの状態と性能確認

(1) 機器状態の検査

外部配管類・ｶﾞｽ配管、減圧器、真空ﾎﾟﾝﾌﾟ、ｶﾞｽ流量調節部、温度調節部、ｶﾗﾑ接続部のﾁｪｯｸを行う。

(2) 真空もれ

真空排気後4～8時間後、水、空気、二酸化炭素のﾁｪｯｸを行う。（機種に応じた検査を行う）

3. ﾁｭｰﾆﾝｸﾞの実施

最適分析条件となるように、機種に応じたﾁｭｰﾆﾝｸﾞを行う。

4. ﾌﾞﾗﾝｸﾁｪｯｸと感度

(1) ﾌﾞﾗﾝｸを測定し、被検査物質の定量下限値未満であることを確認する。

(2) (1)と同一条件下にて、感度検査を行う。

次の①又は②のいずれかで検査する。

①農薬

標準液ｼﾏｼﾞﾝ0.1mg/L（ﾍｷｻﾝ又はｱｾﾄﾝ）を1μL注入し、SIM又はこれと同等の性能を有する方法を用いて、ｼﾏｼﾞﾝ又はﾁｵﾍﾞﾝｶﾙﾌﾞのいずれかの、次の特有の質量数（一例）をﾓﾆﾀｰする。

物質名	分子量	定量用質量数	確認用質量
ｼﾏｼﾞﾝ	201	201	186、173
ﾁｵﾍﾞﾝｶﾙﾌﾞ	257	100	72、125

*ｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾑを記録し、定量用質量数、確認用質量数ともに、SN比を求める。（判定基準：3以上）

②VOC

VOC混合標準液を用いて、水中濃度が0.001mg/Lとなるよう水溶液を調製する。これをPT-GC-MS又はHS-GC-MSにｾｯﾄし、SIM又はこれと同等の性能を有する方法を用いて、四塩化炭素又はｼﾞｸﾛﾛﾒﾀﾝ又はﾃﾄﾗｸﾛﾛｴﾁﾚﾝのいずれかの、次の特有の質量数（一例）をﾓﾆﾀｰする。

物質名	分子量	定量用質量数	確認用質量
四塩化炭素	152	117	119
ｼﾞｸﾛﾛﾒﾀﾝ	84	84	86
ﾃﾄﾗｸﾛﾛｴﾁﾚﾝ	164	166	164

*ｸﾛﾏﾄｸﾞﾗﾑを記録し、定量用質量数、確認用質量数ともに、SN比を求める。（判定基準：3以上）

1-14 高速液体クロマトグラフ

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	液もれがないか確認する。	もれのないこと		
本体 流量調節部 (ﾎﾟﾝﾌﾟ部)	流量	流量を最終出口でｼﾘﾝﾀﾞｰを用い、検査の始めと終りに確認する。	規定流量が得られること 流量の変動がないこと	交換又は修理	
本体 温度調節部 (ｶﾗﾑ槽部)	温度	正常に設定できることを確認する。	正常に作動すること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性	30 分間記録紙に使用条件で作動させ、ﾄﾞﾘﾌﾄ・ﾉｲｽﾞを測定する。	ﾄﾞﾘﾌﾄ　：2% 以内 ﾉｲｽﾞ　：1% 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	感度	次の物質で検査する。 ・吸光光度検出器 ﾁｳﾗﾑ標準液 0.1mg/L ・蛍光検出器 ｵｷｼﾝ銅標準液 0.5mg/Ｌ	SN 比：3 以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作

(1) 分析に使用する分離管を取付ける。

(2) 溶離液流量、ｶﾗﾑ槽、検出器の波長、感度等を使用条件に設定する。

(3) HPLC 使用条件および充てん剤を一例としてかかげる。

①吸光光度検出器（ﾁｳﾗﾑ）

分離管	ｽﾃﾝﾚｽ鋼製、内径 3～6mm、長さ 150～250mm
充てん剤	ｼﾘｶｹﾞﾙにｵｸﾀﾃﾞｼﾙ基（ODS）を化学的に結合したもの
溶離液	ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙと水を体積比 1:1 の割合で混合したもの
流量	約 1mL/min
検出器	吸光光度検出器、波長 272nm
ｶﾗﾑ槽温度	40～45℃

*JIS K 0128 32 より抜粋

②蛍光検出器（ｵｷｼﾝ銅）

分離管	ｽﾃﾝﾚｽ鋼製、内径 3～6mm、長さ 150～250mm
充てん剤	ﾎﾟｰﾗｽﾎﾟﾘﾏｰ又は高純度ｼﾘｶｹﾞﾙにｵｸﾀﾃﾞｼﾙ基（ODS）を化学的に結合したもの
溶離液	硝酸ｱﾙﾐﾆｳﾑ九水和物 10g をﾒﾀﾉｰﾙ 1L に溶かしたもの
流量	約 1mL/min
検出器	蛍光検出器で励起波長 380nm、蛍光波長 520nm
ｶﾗﾑ槽温度	40～45℃

*JIS K 0128 33.1.1 より抜粋

(4) 標準液を準備する。

①ﾁｳﾗﾑ標準液

ﾁｳﾗﾑを 0.1mg/L 含有する溶液

②ｵｷｼﾝ銅標準液

ｵｷｼﾝ銅を 0.5mg/L 含有する溶液

2. ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性

(1) ①ﾁｳﾗﾑ標準液又は、②ｵｷｼﾝ銅標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを確認する。
この時感度は、ﾋﾟｰｸ高さが記録範囲の 5%以上となるよう調整する。

(2) ﾊﾞｯｸｸﾞﾗｳﾝﾄﾞの信号を 30 分間記録し、ﾉｲｽﾞとﾄﾞﾘﾌﾄを測定する。

(3) ﾉｲｽﾞ及びﾄﾞﾘﾌﾄを求める。 (参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照)
ﾉｲｽﾞは記録紙上の最大幅をもってあらわす。ﾄﾞﾘﾌﾄは最大値と最小値の差であらわす。ﾉｲｽﾞがある場合はﾉｲｽﾞの中央で求める。

判定基準は、記録範囲に対し、ﾄﾞﾘﾌﾄ 2%以内。
ﾉｲｽﾞ 1%以内とする。

3. 感度

(1) 2. と同じ標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの分離の状況、ﾋﾟｰｸの高さを求める。 (参考図. ｶﾞｽｸﾛ等ﾉｲｽﾞﾋﾟｰｸ例　参照)

判定基準は、ﾉｲｽﾞに対して 3 倍以上とする。

4. 注意事項

(1) 検査に使用する標準物質は分解し易いので、検査毎に調製することが望ましい。

(2) 標準物質の保持時間は、HPLC 使用条件および充てん剤等によって異なるので、あらかじめ確認しておく。また、必要かつ可能であれば、標準物質ﾋﾟｰｸの吸収ｽﾍﾟｸﾄﾙにより定性を行う。

(3) 常時使用しているﾏｲｸﾛｼﾘﾝｼﾞは、汚染されている場合もあるので、注意する。

1-15 イオンクロマトグラフ（電気伝導度検出器または吸光光度検出器）

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
配管	外観	目視によりきず、汚れがないか確認する。	異常がないこと	交換又は修理	
	もれ	液もれがないか確認する。	もれのないこと		
本体 流量調節部 (ﾎﾟﾝﾌﾟ部)	流量	流量を最終出口でｼﾘﾝﾀﾞｰを用い検査の始めと終りに確認する。	規定流量が得られること 流量の変動が少ないこと	交換又は修理	
本体 温度調節部 (ｶﾗﾑ槽部)	温度	正常に設定できることを確認する。	正常に作動すること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
検査	ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性	30 分間のﾍﾞｰｽﾗｲﾝについてﾄﾞﾘﾌﾄ、ﾉｲｽﾞを測定する。	ﾄﾞﾘﾌﾄ：2%以内 ﾉｲｽﾞ　：1%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	再現性	陰ｲｵﾝ標準液を 3 回測定し最小、最大の差を求める。	±3%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作
   (1) ｶﾗﾑｵｰﾌﾞﾝを規定温度に設定する。
   (2) 規定の溶離液と除去液を規定流量流し、1 時間以上運転させ安定させる。
   (3) 電気伝導度検出器、または吸光光度検出器を使用できるようにする。

2. ﾍﾞｰｽﾗｲﾝ安定性
   (1) 陰ｲｵﾝ標準液を注入し、ﾋﾟｰｸの高さを確認する。この時感度は、ﾋﾟｰｸ高さが記録範囲の 5%以上になるように調整する。
   （各機種によりﾚﾝｼﾞ調整は異なるので、仕様により標準液の濃度は調整のこと）
   (2) 30 分間のﾍﾞｰｽﾗｲﾝを記録し、ﾄﾞﾘﾌﾄ、ﾉｲｽﾞを測定する。
   (3) 判定基準は記録範囲に対し、ﾄﾞﾘﾌﾄ 2%以内、ﾉｲｽﾞ 1%以内とする。

3. 再現性
   (1) 通常の使用条件に設定する。
   (2) 陰ｲｵﾝ標準液を 3 回分析し、特定成分のﾋﾟｰｸ高さ（又はﾋﾟｰｸ面積）を測定する。陰ｲｵﾝ標準液の成分、濃度については各社で設定する。

1-16 溶存酸素計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
接続端子	外観	目視により汚れ、損傷を確認する。	乾燥していること ゆるみのないこと	交換又は修理	
電極	外観	目視により汚れ、損傷を確認する。	破損がないこと	交換又は修理	
	隔膜	目視により汚れ、損傷を確認する。	異常ないこと	交換又は修理	
	極板	目視により汚れ、くもりを確認する。	異常ないこと	交換又は修理	
検査	校正	飽和溶存酸素液を測定する。	飽和値±0.2mg/L 以内かつ飽和値まで達するのに2分以内であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	再現性	飽和溶存酸素液を 3 回測定した時の測定値の差を見る。	飽和値±0.2mg/L 以内であること	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

(1) 溶存酸素ｾﾞﾛ液と飽和溶存酸素液に浸し、2 点校正を 3 回行う。

(2) 溶存酸素ｾﾞﾛ液（5%亜硫酸ﾅﾄﾘｳﾑ溶液）に浸す。

(3) 飽和溶存酸素液（ｱﾙｶﾘ洗浄した空気を 1L 毎分の流量でﾌｨﾙﾀｰを用いて蒸留水 200mL に対して 10 分間以上の通気をさせて飽和させたもの）に浸し、流速を持たせながら指示値を安定化させる。

なお、検査時の水温は 20±1℃が望ましい。

1-17 導電率計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
接続端子	外観	目視により汚れ、損傷を確認する。	乾燥していること ゆるみのないこと	交換又は修理	
セル	外観	目視により汚れ、損傷を確認する。	ひび割れ、汚れ、変形のないこと	交換又は修理	
検査	再現性	ｽﾊﾟﾝ調整に用いた液で3回測定する。	±3%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

(1) 標準液は室温でKCl 0.744g/Lを調製する。
この溶液の導電率は25℃で140.9mS/mである。

(2) 調製した標準液で検査を行う。

1-18 温度計（500℃以上）

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	ｶﾞﾗｽ温度計は、目視により、液切れ、目盛りの汚れ等を確認する。 ﾃﾞｼﾞﾀﾙ式のものについては、電池寿命、ｾﾝｻｰ断線等を確認する。	液切れ、目盛りの汚れがないこと ｾﾝｻｰ及びｺｰﾄﾞにｷｽﾞ等のないこと	交換又は修理	
	性能	氷と水の平衡状態（かき氷）の中に浸し、ｾﾞﾛ点検査又は精度の確認された温度計と比較する。	設定温度に対して、 ±4℃以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

1-19 圧力計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視により、目盛り盤の汚れ、管内異物、配管等に異常のないことを確認する。	汚れ、配管等に異常がないこと。	交換又は修理	

1-20 流速計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視により、目づまり、管径の変化はないか確認する	目づまり、変形がないこと。	交換又は修理	

1-21 時間計

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視。	破損、汚れのないこと	交換又は修理	
検査	器差	電話時報等により、60 分間測定し器差を求める。	5 秒以内	交換又は修理	

1-22 電動ビューレット

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視により汚れ、損傷を確認する。	容器、液絡部、ｼﾘﾝｼﾞに液もれ、汚れ等がないこと。	交換又は修理	
検査	器差	ｼﾘﾝｼﾞ容量の全量及び 1/2 量を秤量びんに取り、質量を 3 回繰り返し測定する。	容量 10mL 以上 全容量： 0.2%以内 1/2 量： 0.4%以内 容量 10mL 未満 全容量： 1%以内 1/2 量： 2%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	室温

1-23 乾燥器

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体槽	温度安定性	80℃～110℃の間の任意の温度に設定後2時間稼働した後、3回測定する。	設定温度に対し±5℃以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

1-24 ふらん器又は恒温水槽

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	温度安定性	温度設定し 8 時間以上稼働した後、3 回測定する	設定温度に対し±1℃以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

1-25 純水製造装置

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視により、ﾊﾞﾙﾌﾞ流路等の汚れがないか確認する。	汚れ、破損等がないこと	交換又は修理	
純水	導電率	導電率を測定する。	0.2 mS/m 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	

1-26 ドラフト

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視により、内部の汚れがないか確認する。	汚れ、破損等がないこと	交換又は修理	
	動作	目視により、排気ﾌｧﾝの動きを確認する。	正常に作動していること	交換又は修理	

1-27 化学実験台

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	外観	目視により、汚れ、損傷がないか確認する。	汚れ、破損等がないこと	交換又は修理	

1-28 排水処理設備又は装置

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	性能	排水分析を行う。	基準値以下	調整または修理	

1-29 窒素酸化物・二酸化いおう濃度計［適用範囲］検定対象外計量器

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
検査	再現性	ｾﾞﾛｶﾞｽ及びｽﾊﾟﾝｶﾞｽを交互にそれぞれ 3 回流し、最大偏差と平均値を求める。	最高濃度の 2/100 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	応答性	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽを加湿状態で流し、4 分後及び 10 分後の指示値の比率を求める。	90%以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	目盛り誤差	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽを 4/5、3/5、2/5、1/5 に分割し、指示値の誤差を求める。	最高濃度の 5/100 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	器差	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽを流し、器差を求める。	最高濃度の 7.5/100 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

1. 準備操作

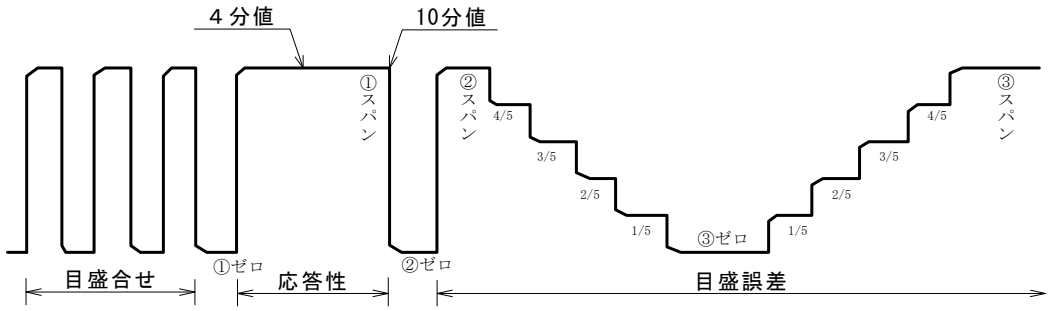
(1) 検査機器の暖気運転を充分行う。

(2) 分割器（ｴｽﾃｯｸ製 SGD 型）の流量を 2L/min に固定し、検査機器のｻﾝﾌﾟﾗｰ入り口で、その検査機器の指定流量（通常、定電位は 2L/min 程度）に合わせる。

2. 検査

(1) 指示値は、ﾁｬｰﾄ紙より読み取り整数に丸める。

(2) 検査は、ｶﾞｽの効率的使用から、次により行う。



3. 再現性

$$再現性 = \frac{(平均値からの最大値 - 平均値)}{最高濃度（f.s 濃度）} \times 100$$

4. 応答性

$$応答性 = \frac{4分後指示値}{10分後指示値} \times 100$$

5. 目盛り誤差

$$目盛り誤差 = \frac{(指示値 - 校正ｶﾞｽ濃度)}{最高濃度（f.s 濃度）} \times 100$$

6. 器差

$$器差 = \frac{(再現性で求めた平均値 - 校正ｶﾞｽ濃度)}{最高濃度（f.s 濃度）} \times 100$$

1-30 酸素濃度計［適用範囲］検定対象外計量器

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
検査	再現性	ｾﾞﾛｶﾞｽ及びｽﾊﾟﾝｶﾞｽを交互にそれぞれ 3 回流し、最大偏差と平均値を求める。	最高濃度の 2/100 以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

検査手順は、「1-28 窒素酸化物・二酸化いおう濃度計」に同じ。

1-31 検定対象外計量器

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
検査	応答性	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽを加湿状態で流し、4 分後及び 10 分後の指示値の比率を求める。	90%以上	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	目盛り誤差	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽを 4/5、3/5、2/5、1/5 に分割し、指示値の誤差を求める。	最高濃度の 5/100 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	器差	ｽﾊﾟﾝｶﾞｽを流し、器差を求める。	最高濃度の 7.5/100 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

検査手順は、「1-28 窒素酸化物・二酸化いおう濃度計」に同じ。

1-32 ガスメーター

管理項目		実施方法	判定基準	不良の処置	備考
対象	項目				
本体	表記	目視。	器物番号、使用最大流量、計量室の体積、液面調整の方法の表示があること	交換又は修理	
	装置	目視。	液面調整装置、水質装置があり、圧力計、温差補正計が取り付け可能のこと	交換又は修理	
検査	漏洩	1470Pa 加圧後、3 分間放置しその圧力降下を測定する。	98Pa 以下	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	感度	使用最大流量に応じ、一定流量を通過させる。	示度に明らかな変化があること	調整又はﾒｰｶｰ修理	
	器差	所定流量、体積の空気通過時の器差を測定する。	±4.0%以内	調整又はﾒｰｶｰ修理	

検査手順

協会自主検査方法に準じる。

1-32 吸引装置

管理項目	実施方法	判定基準	不良の処置	備考

対象	項目				
本体	外観	目視により、オイル量、配管もれ等の確認をする。	異常がないこと。	交換又は修理	

参考　大気濃度計検査記録様式

検 査 記 録

申請者			
計量器の種類			
製造者		型式承認番号	
型式		器物番号	
測定成分		濃度範囲	
検定証印有効期間	年 月	試験年月日	年 月

検査項目	検査結果						判定基準
再現性		1	2	3	平均	最大偏差%	最高濃度の2/100 以下
	ｾﾞﾛ指示値						
	ｽﾊﾟﾝ指示値						
応答性	導入後の時間	分後		分後		計算値%	90%以上
	指示値						

目盛り誤差	濃度範囲 ppm		ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度 ppm		濃度範囲 ppm		ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度 ppm		最高濃度の5/100 以下
	分割比	指示値	基準値	誤差%	分割比	指示値	基準値	誤差%	
	4/5				4/5				
	3/5				3/5				
	2/5				2/5				
	1/5				1/5				
	濃度範囲 ppm		ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度 ppm		濃度範囲 ppm		ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度 ppm		
	分割比	指示値	基準値	誤差%	分割比	指示値	基準値	誤差%	
	4/5				4/5				
	3/5				3/5				
	2/5				2/5				
	1/5				1/5				
	濃度範囲 ppm		ｽﾊﾟﾝｶﾞｽ濃度 ppm						
	分割比	指示値	基準値	誤差%					
	4/5								
	3/5								
	2/5								
	1/5								

器差	濃度範囲	指示値	基準値	器差%	最高濃度の7.5/100 以下
	ppm				
	ppm				
	ppm				
	ppm				
	ppm				

参考図 ガスクロ等ノイズピーク例

図1. ﾉｲｽﾞ例 (A：ﾉｲｽﾞ幅)

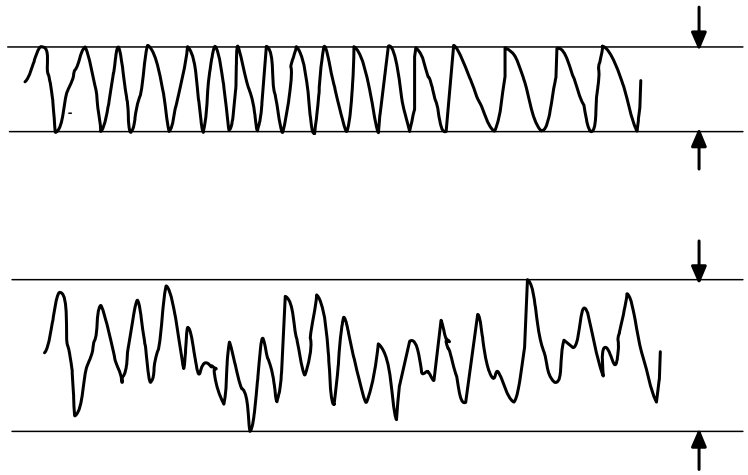


図2. ﾄﾞﾘﾌﾄ例 (B：ﾄﾞﾘﾌﾄ幅)

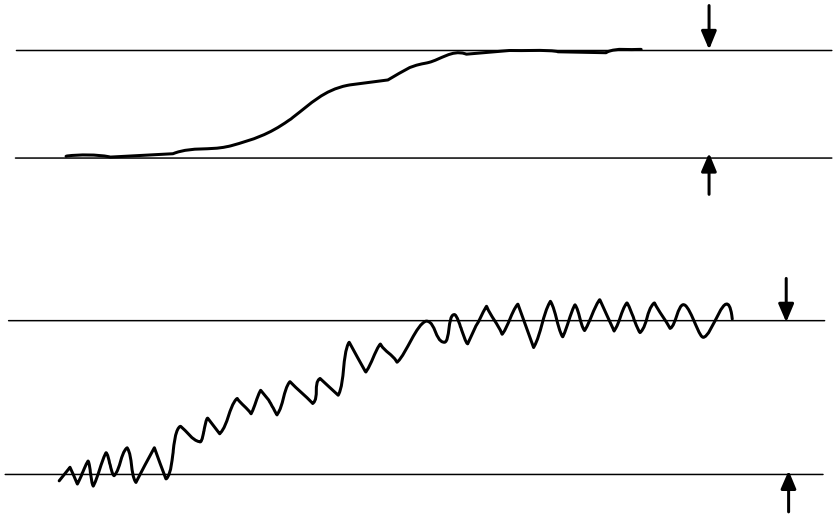


図3. ﾋﾟｰｸ高さ測定例 (h：ﾋﾟｰｸ高さ)